

KRALJEVINA JUGOSLAVIJA

UPRAVA ZA ZAŠTITU



INDUSTRIJSKE SVOJINE

KLASA 12 (3)

IZDAN 1 JANUARA 1937

PATENTNI SPIS BR. 12789

**Lonza Elektrizitätswerke und Chemische Fabriken Aktiengesellschaft,
Gampel-Basel, Švajcarska.**

Izrada aluminijevog oksida, praktički slobodnog od silicijumove kiseline,
iz aluminata zemnoalkalija.

Dopunski patent uz osnovni patent broj 10531.

Prijava od 24 marta 1936.

Važi od 1 juna 1936.

Najduže vreme trajanja do 30 juna 1948.

Predmet osnovnog patenta je jedan postupak za izradu aluminijevog oksida, praktički slobodnog od silicijumove kiseline, pomoću izluživanja aluminata zemnoalkalija sa probitačno vrućim rastvorom alkalijevog karbonata i naknadnog obaranja aluminijevog oksida iz dobivenog rastvora, na pr. pomoću ugljene kiseline. Postupak je naznačen time, što se alkalijev karbonat upotrebljuje u suvišku i što se rastvoru aluminata, u svrhu odstranjenja rastvorene silicijumove kiseline i suviška karbonata, dodaje kalcijev hidroksid u tolikoj količini,

1) da se upotrebljuje više kalcijevog hidroksida nego što odgovara zaostalom nepromenjenom alkalijevom karbonatu,

2) da slobodni suvišak kalcijevog hidroksida prema alkalijevom karbonatu iznosi najmanje 12-tostruku, probitačno 25—30-tostruku količinu rastvorene silicijumove kiseline,

3) da slobodni suvišak kalcijevog hidroksida prema alkalijevom karbonatu ne iznosi manje od 6 kg CaO na 1 m³ rastvora i ne prelazi, ili znatno ne prelazi, 17,5 kg CaO, jer se pri prekoračenju te granične vrednosti dešavaju gubici u aluminijevom oksidu.

Pri daljem razradivanju postupka pronađeno je, da je moguće, da se po-

stupak pomoću pogodnih mera poboljša u ekonomskom pogledu, kako u odnosu na potrošnju kreča, tako i na iskorišćenje aluminijevog oksida.

Ustanovljeno je, da je rastvorljivost silicijumove kiseline, koja se nalazi u kalcijevom aluminatu u rastvorima alkalijevog karbonata, na pr. u sodi, bila u raznim slučajevima sasvim različita, i ako je delimično ista sadržina SiO₂ bila ustanovljena. Rastvorljivost silicijumove kiseline povećala se često tako jako, da bi za njeno odstranjivanje prema postupku osnovnog patenta, bile potrebne količine kreča, koje bi pod svima okolnostima dovodile do znatnih gubitaka u aluminijevom oksidu. Bliže ispitivanje te pojave dovelo je do iznenađujućeg saznanja, da silicijumova kiselina može da bude zastupljena u kalcijevom aluminatu u raznim oblicima, od kojih je jedan teško rastvorljiv ili skoro nerastvorljiv, dok se drugi može relativno lako rastvarati u rastvoru sode; ili u rastvoru nekog drugog alkalijevog karbonata. Ustanovljeno je, da se taj lako rastvorljiv oblik, pomoću oksidirajuće obrade pri povišenoj temperaturi može prevesti u teško rastvorljivi oblik i da se tako količina rastvorljive silicijumove kiseline u aluminatu može toliko smanjiti, da se može obrada lužina alkalijevih aluminata sa

oksidom ili hidroksidom zemnoalkalija uglavnom, čak sasvim izostaviti, tako da je samo u malo slučajeva potrebna delimična obrada, na pr. pomoću kalcijevog hidroksida.

Dejstvo oksidujuće obrade izgleda da počiva na tome, što se oblik vezivanja silicijumove kiseline, moguće usled oksidacije, tako izmenjuje, da se silicijumova kiselina prevodi u jedan nerastvorljiv oblik.

Pri izvođenju postupka žare se na pr. aluminati zemnoalkalija u prisustvu vazduha, ili nekog drugog oksidirajućeg gasa, na pr. u mufl- ili retortnoj peći. Proces žarenja može se sprovoditi na pr. pri temperaturama od oko 800—1400°C, preimućstveno pri onima od 800—900° i zavisno od svojstava ishodnog materijala, u toku od 1/4 časa do više časova, na pr. u toku od 2 časa.

Dalje ekonomsko poboljšanje u odnosu na iskorišćenje aluminijevog oksida može se time postignuti, ako se vodi računa, da se u aluminatu, koji dolazi u preradu, održava odnos između oksida zemnoalkalija i Al_2O_3 u izvesnim granicama.

Nadeno je naime, da se rastvorljivost aluminata zemnoalkalija, na pr. kalcijevog aluminata, jako smanjuje, ako je odnos između oksida zemnoalkalija (računato kao CaO) i Al_2O_3 u aluminatu veći od 3 : 1, ili manji od 0,9 : 1.

Podrobnim ispitivanjem utvrđene su do sada nepoznate činjenice, da su aluminati sa CaO-sadržinom manjom od 0,9 mol CaO na 1 mol Al_2O_3 i oni sa CaO-sadržinom većom od 3 mol CaO na 1 mol Al_2O_3 tako slabo rastvorljivi u rastvorima alkalijevih karbonata, da pri obradi aluminata sa vrućim rastvorom sode, ide u rastvor manje od 60% aluminijevog oksida, dok je naprotiv između tih vrednosti (0,9 i 3 mol CaO na 1 mol Al_2O_3), rastvorljivost aluminijevog oksida znatno bolja i da se pri količinama od 1,12 do 2,2 mola CaO na 1 mol Al_2O_3 može dovesti u rastvor 90% i više od prisutnog Al_2O_3 , kao što se to vidi iz sledeće tablice:

M. lova CaO na 1 mol Al_2O_3	Iskorišćenje aluminijevog oksida u %
0.79	49.7
0.89	53.8
1.08	77.5
1.14	92.6
1.48	97.7
1.76	95.5
1.95	96.0
2.12	93.2

2.33	72.5
2.89	68.2
3.26	54.2

Stoga ako se prema ovom postupku preraduju kalcijevi aluminati, kod kojih odnos između Al_2O_3 i CaO prelazi gornje, za dobru rastvorljivost Al_2O_3 utvrđene granice, onda se dobija takode aluminijev oksid velike čistoće, ali pod nepodnošljivim ekonomskim uslovima, usled gubitaka u Al_2O_3 pri procesu izluživanja.

Usled toga se prema ovom pronalasku upotrebljuju za luženje prvenstveno takvi aluminati zemnoalkalija, čiji se sastav kreće u gore navedenim granicama i to se probitačno omogućava na taj način, što se već pri izradi aluminata, na pr. prema patentu br. 9449, vodi računa o povoljnom sastavu krajnjih proizvoda u gore pomenutom smislu.

Osim povoljnog iskorišćenja čistog aluminijevog oksida, znatno siromašnijeg na SiO_2 , pruža postupak prema pronalasku još i to preimućstvo, da se sprečava potrošnja velikih količina kreča, neželjena iz ekonomskih razloga.

Ovo je od naročite važnosti na pr. pri preradi jako nečistih boksita, kao što su hesenski boksiti, koji se nalaze u Nemačkoj. Za prevodenje te sirovine u kalcijev aluminat, potrebne su velike količine kreča. Stoga, ako se pri tome kreć ne ograniči na odnos maks. 2—2.4 mola CaO na 1 mol Al_2O_3 , onda osim toga što su tako dobiveni aluminati rdavo rastvorljivi, prerada te sirovine dolazi u pitanje usled potrebe velikih količina kreča, pošto ta prerada podnosi samo male materijalne izdatke.

Pri izračunavanju molova CaO ili drugih oksida zemno alkalija, koji prema pronalasku treba da su prisutni na svaki mol Al_2O_3 , treba voditi računa o tome, da osim toga na svaki mol SiO_2 moraju biti prisutna 2 mola CaO.

Naposletku je ustanovljeno, da pri radu na uobičajeni način, koncentracija lužina pri izluživanju može da se poveća na oko 18% alkalijevog karbonata, prema 8—12% u postupku prema osnovnom patentu, a da pri tome ne ode procentualno više silicijumove kiseline u rastvor. Na taj način se dobivaju rastvori alkalijevih aluminata, koji mesto 55—57 gr Al_2O_3 sadrže 74—76 gr, čime se zapremina lužine po toni rastvorenog aluminijevog oksida smanjuje za oko 25%.

Primer.

50 gr kalcijevog aluminata izlužuje se sa 500 cm³ rastvora 10%-nog natrijevog karbonata jedanput u nežarenom stanju i jedanput posle dvočasovnog žarenja na 1100°C. Sastav aluminata zemno alkalija i rezultati opita proizlaze iz sledeće tabele:

Sastav u %	Nežareno	Žareno
SiO ₂	1.56	1.94
TiO ₂	0.30	0.20
Fe ₂ O ₃	1.76	1.28
Al ₂ O ₃	53.04	52.22
CaO	45.40	44.40

Rezultat opita rastvorljivosti:

Rastvoreno gr Al ₂ O ₃	25.08	25.46
Iskorišćenje Al ₂ O ₃ u %	94.7	97.5
Rastvoreno gr SiO ₂	0.41	0.0396
Rastvoreno SiO ₂ u %	52.5	4.10
Rastvoreno gr SiO ₂ u litru	0.744	0.080
Rastvoreno SiO ₂ u %		
rastvorenog Al ₂ O ₃	1.64	0.16

Lužina iz nežarenog aluminata morala je biti obradivana, u svrhu odstranjivanja silicijumove kiseline, sa 18.6 do 22.3 kg suvišnog kalcijevog hidroksida na 1 m³, t.j. sa 9.3 do 11.1 kgrama kalcijevog hidroksida na 500 cm³. pri čemu se moralo pomiriti sa nastalim gubicima u aluminijevom oksidu.

Lužina iz žarenog aluminata zemno alkalija imala je u sebi tako malo silicijumove kiseline, da se obrada krečom mogla izostaviti. Pri direktnoj preradi te lužine na aluminijev oksid pomoću uvođenja

ugljene kiseline, dobiven je aluminijev oksid, koji ima veoma malo silicijumove kiseline.

Patentni zahtevi:

1.) Postupak za izradu aluminijevog oksida, praktički slobodnog od silicijumove kiseline, pomoću izluživanja aluminata zemno alkalija, kao što je kalcijev aluminat, sa probitačno vrućim rastvorom alkalijevog karbonata i naknadnog obaranja aluminijevog oksida iz odvojenog rastvora alkalijevog aluminata, prema osnovnom patentu br. 10531, naznačen time, što se u datom slučaju, izostavljajući obradu aluminatske lužine sa krečom, aluminat zemno alkalija podvrgava pre izluživanja oksidišućoj obradi pri višim temperaturama, na pr. pri temperaturama od oko 800—900°C.

2.) Postupak prema zahtevu 1, naznačen time, što se upotrebljuju aluminati zemno alkalija koji sadrže osim po 2 mola CaO na 1 mol SiO₂ i na 1 mol Al₂O₃ ne manje od 0.9 i ne više od 3, preimućstveno 1.2—2.2 mola CaO, ili ekvivalentnu količinu nekog drugog oksida zemno alkalija.

3.) Postupak prema zahtevu 1 i 2, naznačen time, što se za izluživanje aluminata zemno alkalija upotrebljuje rastvor alkalijevog karbonata sa velikom sadržinom, koja iznosi do 18%, alkalijevog karbonata.

